

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-61380

(43) 公開日 平成11年(1999)3月5日

(51) Int. Cl. 6

C23C 14/06

// B23B 27/14

識別記号

F I

C23C 14/06

A

B23B 27/14

P

A

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号

特願平9-224013

(22) 出願日

平成9年(1997)8月20日

(71) 出願人 000001199

株式会社神戸製鋼所

兵庫県神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号

(72) 発明者 赤理 孝一郎

兵庫県高砂市荒井町新浜2丁目3番1号

株式会社神戸製鋼所高砂製作所内

(74) 代理人 弁理士 安田 敏雄

(54) 【発明の名称】耐磨耗性多層型硬質皮膜

(57) 【要約】

【課題】 工具母材表面に形成された耐磨耗性多層型硬質皮膜であって皮膜と基材の密着性に優れるとともに、さらに耐磨耗性に優れた多層型硬質皮膜を提供する。

【解決手段】 工具母材表面に形成される耐磨耗性多層型硬質皮膜であって、低硬度及び高硬度の2種類のTiAlNで示される化学組成からなる皮膜が交互に隣接して積層され、前記低硬度のTiAlN層がTi_{1-x}Al_xNにて0.1≤x≤0.4で示される化学組成からなり、高硬度のTiAlN層がTi_{1-x}Al_xNにて0.4<x≤0.75で示される化学組成からなる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】工具母材表面に形成される耐磨耗性多層型硬質皮膜であって、低硬度及び高硬度の2種類のTiAINで示される化学組成からなる皮膜が交互に隣接して積層されたことを特徴とする耐磨耗性多層型硬質皮膜。

【請求項2】低硬度のTiAIN層が $T_{i-x}Al_xN$ にて $0.1 \leq x \leq 0.4$ で示される化学組成からなり、高硬度のTiAIN層が $T_{i-x}Al_xN$ にて $0.4 < x \leq 0.75$ で示される化学組成からなる、請求項1記載の耐磨耗性多層型硬質皮膜。

【請求項3】低硬度のTiAIN層が、コーティング時の基板バイアス電圧-10~-30Vの条件下で形成され、高硬度のTiAIN層が基板バイアス電圧-50~-150Vの条件下で形成されてなる請求項1記載の耐磨耗性多層型硬質皮膜。

【請求項4】積層される単位皮膜層数が10層以上である、請求項1~3のいずれかに記載の耐磨耗性多層型硬質皮膜。

【請求項5】低硬度層と高硬度層の厚さ比が5:1~1:10である、請求項1~3のいずれかに記載の耐磨耗性多層型硬質皮膜。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、フライス加工、切削加工、穿孔加工等の加工に使用される工作工具の表面コーティング材として有用な耐磨耗性多層型硬質皮膜構造に関するものである。

【0002】

【従来の技術】高速度工具鋼や超硬合金工具鋼等を製作する場合は、耐磨耗性等の性能をより優れたものとする目的で、工具基材の表面にTi等の窒化物や炭化物となる耐磨耗性皮膜を形成することが行なわれている。母材表面に耐磨耗性皮膜を形成する方法としては、従来よりCVD法(化学的蒸着法)およびPVD法(物理的蒸着法)が知られている。しかし前者の方法では母材が高温処理に曝される為母材特性が劣化するおそれがあり、母材特性も重要視される工具の場合は後者の方が好まれる傾向がある。そこで比較的低温条件でコーティング処理することのできる高周波放電プラズマCVD法、反応性イオンプレーティング法、スパッタリング法等が採用されるに至っている。

【0003】工具等の耐磨耗性皮膜としてはイオンプレーティング法によるTiNやTiCが汎用されており、特に高温耐酸化性(耐熱性)の優れたTiN膜が広く実用化されている。即ちTiNはTiCより耐熱性に優れている為、切削時の加工熱や摩擦熱によって昇温する工具の面をクレータ磨耗から保護する機能を発揮する。しかしTiNはTiCに比べて低硬度である為被削材と接する逃げ面に発生するフランク磨耗に対してはむ

しろ脆弱であり、フランク磨耗に対してはTiCの方が高い耐久性を示す。

【0004】近年、切削速度の一層の高速化が要望されており、切削条件がより過酷化する傾向にある為、上記した様な従来のTiN皮膜程度ではこの要請に応えきれなくなっている。そこで耐熱性や硬度が更に優れた皮膜として、イオンプレーティング法やスパッタリング法によるTiAIN、TiAlC、或はTiAlCN等の皮膜が提案された(特開昭62-56565)。

【0005】上記のPVD法はイオンのエネルギーを利用した低温皮膜法であるので、母材表面と皮膜間には、CVD法において見られた様な熱による拡散層は存在しない。従ってPVD法によって形成された皮膜は、CVD法によって形成された皮膜に比べて密着性が劣るのが一般的である。一方最近では耐磨耗性を改善して寿命延長を図るという観点から、皮膜を厚膜化する傾向が見られるが、厚膜化するにつれて皮膜の内部応力が増大し、皮膜にクラックが発生したり膜密着性が低下して皮膜剥離の原因になる。尚TiN皮膜に代わり得る高耐磨耗性皮膜として、(Al, Ti) (N, C) 系皮膜が提案されていることは上述した通りであるが、これらの皮膜はTiN皮膜に比べて内部応力が2倍以上も高くなるので、TiN皮膜を形成する場合よりもできるだけ薄い膜厚を形成して実用されている。こうしたことから、特に(A1, Ti) (N, C) 系皮膜等の優れた特性を十分に発揮し得る様な、皮膜形成技術の改善が望まれていた。

【0006】そこで、こうした事情に着目して比較的低温条件で製膜することができると共に、それにもかかわらず、密着性や膜強度に優れ、しかもクレータ磨耗やフランク磨耗に対する抵抗力の優れた耐磨耗性多層型硬質皮膜を提供した(特開平6-136514)。この皮膜構成は $T_{i-x}N_{1-x}$ (但し、 $0 \leq x \leq 0.6$)で示される化学組成からなる皮膜層と、 $(A_1, T_{i-x}) (N_x, C_{1-x})$ (但し、 $0.56 \leq y \leq 0.75, 0.6 \leq z \leq 1$)で示される化学組成からなる皮膜層が交互に隣接して、4層以上積層され、かつ全皮膜層厚が $0.6 \sim 1.2 \mu m$ である、工具母材表面に形成されるというものである。

【0007】上記の耐磨耗性硬質皮膜は、以下の理由により耐磨耗性が十分ではなかった。即ち、 $T_{i-x}N_x$ ($x=0$ の場合)と $(A_1, T_{i-x}) (N_x, C_{1-x})$ との積層ではTiN層部の硬度及び耐酸化性が不足し、 $T_{i-x}N_{1-x}$ ($0 \leq x \leq 0.6$)と $(A_1, T_{i-x}) (N_x, C_{1-x})$ との積層ではどちらも硬度が高い為、基材との密着性や2種類の層間の密着性が不足することが原因であることを知見した。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記の問題点を解決し、皮膜と基材の密着性に優れるとともに、さら

に耐磨耗性に優れた多層型硬質皮膜を提供することを目的とするものである。

【0009】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成し得た発明とは、工具母材表面に形成される耐磨耗性多層型硬質皮膜であって、低硬度及び高硬度の2種類のTiAlNで示される化学組成からなる皮膜が交互に隣接して積層されたものであり（請求項1）、前記低硬度のTiAlN層がTi_{1-x}Al_xNにて0.1≤x≤0.4で示される化学組成からなり、高硬度のTiAlN層がTi_{1-x}Al_xNにて0.4<x≤0.75で示される化学組成からなるものであり（請求項2）、前記低硬度のTiAlN層が、コーティング時の基板バイアス電圧-10~-30Vの条件下で形成され、高硬度のTiAlN層が基板バイアス電圧-50~-150Vの条件下で形成されてなるものであり（請求項3）、前記積層される単位皮膜層数が10層以上であるものであり（請求項4）、更に前記低硬度層と高硬度層の厚さ比が5:1~1:10である耐磨耗性多層型硬質皮膜である（請求項5）。

【0010】本発明は、非常に高硬度を示すTiAlN皮膜に、あえて低硬度、すなわち皮膜の内部応力の小さいTiAlNをはさみ、積層構造とすることで、皮膜全体としての内部応力を緩和し、皮膜と基材の密着性が改善される。また、積層構造とすることで、従来技術同様に皮膜表層で発生したクラックが、隣接する皮膜層によって、その伝播が抑制されることによる耐磨耗性改善効果が得られるが、特に積層する皮膜がTiAlNで示される同一の元素構成からなるため、積層皮膜間の密着性にも非常に優れ、層間での皮膜剥離が減少する。

【0011】因みにTiAlNはTiNに比べて高硬度を示し、一般にAl比率の増加に従って硬度が上昇する。そこで通常作成されるTiAlN層に比べ、低Al組成とすることで低硬度のTiAlN層が形成される。本発明の効果を発揮させるためには低硬度TiAlN層のAl組成としてはTi_{1-x}Al_xNにて0.1≤x≤0.4であり、より好ましくは0.2≤x≤0.3となるのが望ましい。x<0.1ではAl添加の効果が得られず、また、x>0.4では硬度が高くなりすぎ、低硬度層として作用しなくなる。

【0012】次に高硬度のTiAlN層は、Ti_{1-x}Al_xNにて0.4<x≤0.75で示されるものが必要であり、より好ましくは0.6≤x≤0.65とするのが望ましい。x≤0.4では高硬度層として作用せず、また、x>0.75でも皮膜層組成がAlNに近似してくる結果、十分な硬度が得られなくなる。また、一般にイオンプレーティングやスパッタによって形成されるTiAlN膜の硬度はコーティング時の基板バイアス電圧によって大きく影響されることが知られており、バイアス電圧を制御することにより低硬度と高硬度のTiAl

N層の作り分けが可能である。

【0013】低硬度TiAlN層の形成条件としてはバイアス電圧（Vb）が、-30V≤Vb≤-10Vが適当であり、より好ましくは-20V≤Vb≤-10Vとするのが望ましい。Vb<-30Vでは低硬度層として作用しなくなり、またVb>-10Vの場合はアーク放電プラズマのプラズマ電位に近づくために安定した電圧印加が難しく、また、0Vバイアスではイオンプレーティングの効果が得られないため皮膜の特性が悪化する。

10 【0014】また高硬度TiAlN層の形成条件としては、バイアス電圧を-150V≤Vb≤-50Vの範囲とするのが適当であり、より好ましくは-100V≤Vb≤-50が望ましい。Vb>-50Vでは高硬度層として作用しなくなり、またVb<-150Vでも再度硬度低下が起り、高硬度層として作用しなくなる。尚、本実施例では積層する第1層（低硬度層）と第2層（高硬度層）でバイアス電圧を不連続に変化させたが、第1層と第2層の間でのバイアス電圧の変化を勾配を付けてある時間で徐々に変化させることも可能である。

20 【0015】次に積層される単位皮膜層数が10層以上であるが、より好ましくは20層以上であり、この際10層未満では良好な特性が得られない。本発明では低硬度層と高硬度層の厚さ比（膜厚比）は5:1~1:10（より好ましくは2:1~1:5）が望ましい。5:1より外れて低硬度層の比率が高くなると全体の硬度が低下して耐磨耗性が低下する。また、1:10を越えて高硬度層の比率が高くなると、全体の硬度が高くなりすぎて皮膜の密着性が低下する。

【0016】

30 【実施例】

<実施例1>陰極アーク方式イオンプレーティング装置にて、自公転可能な基板テーブルを挟んで対向した位置に取り付けられた少なくとも2つのアーク蒸発源に、Ti_{1-x}Al_x（0.1≤x≤0.4）の組成のターゲットとTi_{0.5}Al_{0.5}の組成のターゲットを組み込み、高速度鋼製エンドミル（φ10）へのコーティングを実施した。

【0017】本発明の多層型硬質皮膜を形成するにあたっては、まず、装置の真空チャンバを5×10⁻⁶Torr以下まで真空排気後、ヒータによって基板の加熱を行う。

その後、ガス無し雰囲気中またはArガス雰囲気中にてアーク放電を発生させ、メタルイオンによる基板のスパッタクリーニングを行う。クリーニング時はTi_{1-x}Al_x（0.1≤x≤0.4）、Ti_{0.5}Al_{0.5}ターゲットのどちらか片方または両方同時に放電させて良い。クリーニング終了後、チャンバ内を窒素雰囲気にして、Ti_{1-x}Al_x（0.1≤x≤0.4）、Ti_{0.5}Al_{0.5}の両ターゲットにて同時にアーク放電を開始する。コーティング時の代表的な条件は下記の通りである。

【0018】

<コーティング条件>

- ・窒素ガス圧力: $2 \sim 4 \times 10^{-2}$ Torr (2×10^{-2} Torr … 実験条件)
- ・アーク電流: 80 ~ 200A (100A … 実験条件)
- ・バイアス電圧: -40 ~ -150V (-50V … 実験条件)
- ・膜厚: 2.5 ~ 3.0 μm (実施例もこの範囲程度でばらつき有り)

上記ガス圧条件下で、基板テーブルを回転させながら、組成の異なるターゲットを同時に放電させると、各々のターゲット前方でターゲット組成に応じた組成の TiA₁N 膜が形成され、結果的に組成の異なる 2 種類の TiA₁N 膜が交互に積層された多層型硬質皮膜が形成される。回転基板ホルダーの回転数を変化させたり、ターゲットに流すアーク電流を調整することにより、各層の膜厚を調整することができる。また、ある程度以上各層の厚みを増すためには、2 種類のターゲットを交互に放電させてもよい。

【0019】上記方法によって各種 TiA₁N 膜を形成されたエンドミルについて、下記条件での切削試験を行

い、刃先部磨耗量を測定した。

<切削条件>

- ・被削材: SKD61 (HRC30)
- ・切削速度: 30 m/min
- ・送り: 0.07 mm/刃
- ・切込み: 1 mm (半径方向), 15 mm (軸方向)
- ・切削方法: ダウンカット、エアブロー

切削試験の結果を各皮膜の層構成とともに表 1 に示す。尚、表 1 には比較のために TiA₁N 単層、及び従来技術の TiN と TiA₁N 層を積層したものを示す。

【0020】

【表1】

No.	皮膜構成				刃先部磨耗量 (mm)	備考
	第1層組成	第2層組成	層数	膜厚比		
1	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	14	1:1	0.088	実施例
2	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	28	1:1	0.071	〃
3	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	43	1:1	0.072	〃
4	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	28	1:1	0.089	〃
5	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	28	1:1	0.073	〃
6	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	28	1:1	0.085	〃
7	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	28	4:1	0.085	〃
8	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	28	2:1	0.075	〃
9	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	28	1:2	0.073	〃
10	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	28	1:5	0.075	〃
11	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	28	1:10	0.080	〃
12	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	5	1:1	0.105	比較例
13	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	28	6:1	0.102	〃
14	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	—	1	—	0.185	〃
15	TiN	Ti _{0.7} Al _{0.3} N	28	1:1	0.132	〃

【0021】(評価) 表 1 の実施例 (No. 1 ~ 11) と比較例 (No. 12 ~ 15) と比較すると、比較例 No. 12 は層数が本発明の特定数よりも少なく、比較例 No. 13 は膜厚比が本発明の特定比を外れており、比較例 No. 14 は TiA₁N 膜単層であり、比較例 No. 15 は TiN と TiA₁N 積層膜であり、これらの何れも実施例の刃先部磨耗量 (mm) と比較すると、比較例のものが劣っており、実施例のものは良好な特性が得られていることが判明している。

【0022】<実施例 2> 低硬度と高硬度の TiA₁N 膜の積層は、コーティング時のバイアス電圧を周期的に

変化させることによっても可能である。この場合、各層の膜厚はバイアス電圧を一定に保持する時間やアーク電流の増減によって調節可能である。ターゲットとしては 40 1 種類の Ti_{0.6}Al_{0.4} の組成からなるターゲットを用いて、各種 TiA₁N 膜を形成したエンドミルについて、実施例 1 と同じ条件での切削試験を行い、刃先部磨耗量を測定した結果を表 2 に示す。比較例として TiA₁N 単層、及び従来技術の TiN と TiA₁N 層を積層したものも示す。(実施例 1 と共通)。

【0023】

【表2】

No.	皮膜構成				刃先部磨耗量 (mm)	備考
	第1層バイアス電圧	第2層バイアス電圧	層数	膜厚比		
1	-10V	-50V	28	1:1	0.084	実施例
2	-10V	-100V	28	1:1	0.088	"
3	-10V	-150V	28	1:1	0.088	"
4	-20V	-50V	28	1:1	0.086	"
5	-30V	-50V	28	1:1	0.090	"
6	-40V	-50V	28	1:1	0.120	比較例
7	0V	-50V	28	1:1	0.212	"
8	-50V	-	1	-	0.185	"
9	TiN	Ti _{0.5} Al _{0.5} N (バイアス-50V)	28	1:1	0.132	"

【0024】(評価) 表2の実施例(No. 1~5)と比較例(No. 6~9)と比較すると比較例No. 6, No. 7, No. 8を比較をする、いずれも第1層バイアス電圧は本発明特定外数値であり特に同No. 8はTiAlN膜単層のものであり、比較例No. 9はTiNとTiAlN積層膜のものであり、これらの比較例の何れも実施例の刃先部磨耗量と比較すると、比較例のもの

が劣っており、実施例のものは良好な特性が得られていることが判明している。

【0025】

【発明の効果】以上のように本発明は基材の密着性に優れるとともに耐磨耗性に非常に優れた多層型硬質皮膜が得られた。